

BEST AVAILABLE COPY



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

⑪ Número de publicación: **2 124 879**

⑤① Int. Cl.<sup>6</sup>: C10M 175/00

⑫

TRADUCCION DE PATENTE EUROPEA

T3

⑧⑥ Número de solicitud europea: **94910446.7**

⑧⑥ Fecha de presentación : **21.03.94**

⑧⑦ Número de publicación de la solicitud: **0 690 903**

⑧⑦ Fecha de publicación de la solicitud: **10.01.96**

⑤④ Título: **Procedimiento e instalación de regeneración de aceites lubricantes.**

③⑦ Prioridad: **22.03.93 FR 93 03275**

⑦③ Titular/es:  
**Societe Tunisienne de Lubrifiants-Sotulub**  
**9, rue de la Nouvelle-Delhi**  
**Tunis, TN**

④⑤ Fecha de la publicación de la mención BOPI:  
**16.02.99**

⑦② Inventor/es: **Merchaoui, Med Hedi;**  
**Khalef, Naceur;**  
**Jaafar, Abdelhafidh;**  
**Ouazzane, Achour;**  
**Boufahja, Med Ali y**  
**Meziou, Salah**

④⑤ Fecha de la publicación del folleto de patente:  
**16.02.99**

⑦④ Agente: **Curell Suñol, Marcelino**

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (artº 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

Venta de fascículos: Oficina Española de Patentes y Marcas. C/Panamá, 1 - 28038 Madrid

ES 2 124 879 T3

BEST AVAILABLE COPY

# DESCRIPCION

La invención se refiere a un procedimiento y una a instalación de regeneración de aceites lubricantes usados.

5 Los aceites lubricantes padecen generalmente modificaciones y alteraciones durante sus utilizations, lo cual implica que debe procederse a su cambio con más o menos frecuencia.

Hasta el momento, la eliminación o la regeneración de estos aceites usados es una fuente de contaminación importante.

Después de su utilización, estos aceites contienen generalmente residuos solidos, aditivos, residuos de combustión, etc ...

15 Hasta el momento, se han desarrollado diferentes procedimientos de recuperación. En primer lugar, se recuperan los aceites degradados, y a veces estos aceites de diversos orígenes están mezclados con productos más o menos extraños susceptibles de perturbar los procedimientos de regeneración.

Hasta el momento, los procedimientos más utilizados comprenden una etapa de tratamiento de los aceites usados y recuperados con ácido sulfúrico, a continuación su neutralización con cal y carbonato sódico, y finalmente la decoloración con tierra activa y el filtrado.

Se conoce especialmente la instalación y el procedimiento descrito en el documento GB-A-243.666. Esta instalación comprende dos recipientes que permiten dos tratamientos, uno con cal y el otro con tierra, y dos centrifugas que aseguran la separación, una del agua y la otra de las tierras usadas, del aceite que hay que tratar.

Este tipo de procedimiento permite la recuperación de una parte de los aceites usados, pero genera residuos no reutilizables altamente contaminantes.

30 El porcentaje de recuperación de las instalaciones industriales que ponen en práctica estos procedimientos no excede del 85 % y su coste de realización es elevado.

Por otra parte, también se conocen otros procedimientos de recuperación basados en el hidrotratamiento del aceite después de un tratamiento térmico y su destilación en vacío. La hidrogenación del aceite se produce mediante unos catalizadores de hidrodesulfurización e hidrorreducción del nitrógeno.

Durante la realización de tales procedimientos, los catalizadores se agotan progresivamente y finalmente generan productos no reutilizables altamente contaminantes.

40 Por otra parte, estos procedimientos son aún más costosos.

Se conoce también el procedimiento descrito en el documento GB-A-2.022.131. En este procedimiento de regeneración de aceites usados, se realiza una primera fase de deshidratación y eliminación de hidrocarburos clorados en un intervalo de temperatura comprendido entre 100° y 200°C. A continuación se realiza un tratamiento alcalino en sistema cerrado a por lo menos 200°C mediante una mezcla de sosa y de potasa. Seguidamente, se realiza una destilación en vacío térmica que alcanza una temperatura de 480°C.

50 El objetivo de la presente invención es, por tanto, la puesta a punto de un procedimiento de regeneración de aceites lubricantes usados poco o no contaminante y cuya realización pueda hacerse en buenas condiciones económicas.

También es un objetivo de la presente invención proponer un procedimiento de regeneración de aceites usados que permite un elevado porcentaje de recuperación de aceite.

Con este fin, la invención se refiere a un procedimiento de regeneración de aceites lubricantes usados que comprende una etapa de tratamiento mediante una base fuerte.

60 Según la invención, el procedimiento comprende las etapas de tratamiento sucesivas objeto de la reivindicación 1.

En el modo de realización preferido, la invención consta de la característica siguiente: la columna de

destilación en vacío coopera con un evaporador de desagüe del fondo de columna.

La invención se refiere asimismo a una instalación de regeneración de aceites usados que permite la realización del procedimiento mencionado anteriormente.

5 Esta instalación es objeto de la reivindicación 3.

Preferentemente, la unidad de destilación en vacío está asociada a un evaporador de desagüe del fondo de columna.

10 Se describirá más detalladamente un modo de realización de la invención, haciendo referencia a la única figura, que es una representación esquemática de la instalación de regeneración de aceites usados según la invención.

15 Los aceites usados recogidos pueden tener diversos orígenes; puede tratarse por ejemplo de aceite de motor, de aceite para engranajes o de aceite hidráulico, de aceite para turbina, etc ...

Cuando estos aceites llegan a la unidad de regeneración, se comprueba su aptitud para el tratamiento.

20 En efecto, el procedimiento de regeneración de la invención está encaminado, fundamentalmente, a la eliminación de los componentes ligeros, como la gasolina, el gasóleo y el agua, pero no permite eliminar los componentes tan pesados como los propios aceites pero que tienen propiedades físicas diferentes. Podría tratarse, por ejemplo, de fueloil cuya eliminación o tratamiento sólo podría obtenerse mediante un procedimiento de refinado completo.

25 Un contenido excesivo en cloro de las mezclas aportadas podría ser susceptible de provocar un desgaste prematuro de la instalación.

30 Deberían pues eliminarse los aceites recogidos que contengan un porcentaje demasiado alto de fueloil, de ácido graso o de cloro. Con el fin de evaluar las concentraciones de estos diferentes componentes, se practican los ensayos de por sí bien conocidos habituales en la técnica.

35 Entre éstos, puede citarse el "Chlor Test" que permite detectar la presencia de los cloruros. Se presenta ante la llama un hilo de cobre mojado en el aceite usado. Una llama verdosa indica la presencia de cloruros.

El "Drop Test" permite detectar la presencia de fueloil. Se deposita una gota de aceite en un papel cromatográfico. Una mancha concéntrica con una aureola amarillenta indica la presencia de fueloil.

40 El "Fat Test" permite detectar la presencia de ácidos grasos en los aceites. Se calientan 2 ml de aceite usado en presencia de una pastilla de sosa: cuando el aceite se fija, después de enfriarse, esto significa que hay ácidos grasos presentes.

45 Los aceites usados recogidos 1 que hayan superado con éxito estos diferentes ensayos se reúnen en un depósito 2.

Se mezclan entonces, ya sea en el interior mismo del depósito, ya sea durante la extracción de éstos por unos medios clásicos no representados en la figura.

50 Unos medios de precalentamiento 3 llevan los aceites captados del depósito 2 a una temperatura comprendida entre 140 y 160°C.

Mediante unos medios 5, se aporta y se mezcla una base, almacenada por otra parte en depósito 4, a los aceites usados precalentados.

55 Se añade a los aceites usados una cantidad de base pura comprendida entre 1 y 3 % en masa.

Este porcentaje puede precisarse de forma ventajosa en función de la calidad de los aceites usados.

60 Los aceites usados, llevados a una temperatura elevada, con el aditivo de una base fuerte, alimentan una unidad 6 de extracción del agua y de los hidrocarburos ligeros por expansión (flash). En dicha unidad, la evaporación del agua se produce por la expansión brusca de la mezcla en una bombona.

Se extraen el agua y los hidrocarburos ligeros y se dirige la mezcla restante hacia una unidad 8 de extracción de gasóleo (stripping). Esta eliminación se realiza mediante destilación en una columna.

5 Se evacúa entonces el gasóleo 9, y se conduce la mezcla restante hacia una columna de destilación 10 que permite el fraccionamiento de la mezcla en cortes de aceites básicos lubricantes y la separación del residuo en el cual se concentran todas las impurezas.

Los aceites básicos pueden separarse a diferentes niveles, según el número de cortes deseado.

10 Se han obtenido buenos resultados separando, por una parte, un aceite básico de 150 Neutral 11 y un aceite básico de 400 a 500 Neutral 12.

La columna de destilación 10 es una columna tradicional en vacío que permite la disociación y extracción de los residuos, que son dirigidos hacia una bombona de acumulación 14.

Se evacúan entonces los residuos 15, y son susceptibles de ser utilizados por ejemplo como alquitrán o asfalto para realizar carreteras. También pueden utilizarse como combustibles.

20 La columna de destilación en vacío 10 está asociada preferentemente a un evaporador de desagüe del fondo de columna 13 que permite mejorar su eficacia. Una parte de la energía necesaria para elevar la temperatura de los aceites usados antes de añadir la base pura proviene preferentemente de la recuperación de energía realizada en los cortes de aceites básicos lubricantes 11, 12 de la salida de la columna 10.

25 De forma ventajosa, los aceites usados son filtrados durante su recogida y durante la salida de éstos del depósito de almacenamiento 2, de forma que se eliminan las partículas sólidas que pueden contener.

Diferentes bombas, no representadas, aseguran la circulación de la mezcla y de los productos extraídos a través de la instalación descrita.

El procedimiento y la instalación de la invención permiten, por tanto, a partir de los aceites usados obtener aceites básicos reutilizables de diversa calidad, residuos utilizables, agua, hidrocarburos ligeros y gasóleo.

35 Todos los productos obtenidos son pues reutilizables. Por esta razón, este procedimiento permite evitar los principales riesgos de contaminación.

40 Este procedimiento permite obtener un porcentaje mínimo de recuperación del 90 %. Este porcentaje es la proporción en masa de las cantidades de aceites recuperadas por este procedimiento industrial, con respecto a la de los aceites recuperados en laboratorio, en condiciones óptimas independientes de cualquier consideración económica.

45 No obstante, el modo de realización preferido utiliza la columna de destilación en vacío asociada a un evaporador de desagüe del fondo de columna. De esta forma, es posible obtener un excelente porcentaje de recuperación en corte de aceite básico lubricante, disminuir los costes de inversión y explotación con respecto a los otros procedimientos de regeneración conocidos, obtener unos aceites regenerados con prestaciones tan buenas como los aceites básicos nuevos y eliminar de éstos casi todos los metales.

50 Además, todas las impurezas están contenidas en los residuos de éstos que, como ya se ha indicado, pueden valorizarse fácilmente.

La instalación de la invención puede realizarse fácilmente con las mejores condiciones de fiabilidad.

55 El ejemplo numérico siguiente ilustra la realización de la invención.

En a) se ha indicado el resultado de la destilación en vacío de los aceites usados en laboratorio proporcionando los componentes y sus características precisas.

60 En b) se ha representado el resultado de la destilación obtenido mediante un procedimiento anterior, sin añadir una base. Según la técnica anterior, este procedimiento debe ir seguido del tratamiento químico de acabado, mediante un procedimiento tradicional con ácido y tierra, cuyos inconvenientes ya se han

## ES 2 124 879 T3

indicado más arriba. Los resultados de este tratamiento están representados en c).

En d) se ha representado la regeneración de los aceites de acuerdo con el procedimiento industrial reivindicado.

En estas diferentes tablas, los productos son los componentes recuperados.

Rdt representa su rendimiento (proporción en masa de la cantidad recuperada con respecto a la cantidad inicial de aceite usado que hay que regenerar).

T.A.N. representa su acidez (teneur acid number).

VIS 40°C representa su viscosidad a 40°C expresada en centistokes.

El color se expresa con respecto a unos colores de referencia normalizados. Cuanto más bajo es el valor numérico indicado, mejor es el color y la apariencia es una indicación cualitativa.

Ba representa el bario, Ca el calcio, Pb el plomo, Zn el cinc, P el fósforo, Cr el cromo, Fe el hierro y Si el silicio.

La comparación de la tabla c) con la tabla d) pone de manifiesto la cantidad superior de los cortes de aceites básicos obtenidos según la invención. En particular, los contenidos en metales de los aceites recuperados son muy inferiores, y su rendimiento es más importante. Además, el conjunto de los cortes es fácilmente reutilizable.

Los ensayos en motor de los aceites regenerados según la invención han mostrado su equivalencia con los aceites nuevos. Sus prestaciones son mejores que las de los regenerados por los procedimientos conocidos.

Los signos de referencia introducidos después de las características técnicas mencionadas en las reivindicaciones, tienen, como único objetivo, facilitar la comprensión de estas últimas, y no limitan en modo alguno su alcance.

### a) Destilación de los aceites usados en laboratorio

Productos	Rdt (%)	T.A.N. (mgKOH/g)	VIS 40°C (Cst)	Color	Aspecto
Gasóleo	4,06	2,01	2,97	5	
Corte ligero	23,15	0,75	27,05	< 4	turbio
Corte pesado	43,30	0,49	74,8	4,5	turbio
Residuo	19,60	-	-	-	-
Agua + Gasolina	8,39	-	-	-	-
Pérdidas	1,50	-	-	-	-

Rendimiento de la destilación: 66,45 %

### b) Destilación de los aceites usados en fábrica sin recurrir al tratamiento previo alcalino (técnica anterior)

Productos	Rdt (%)	T.A.N. (mgKOH/g)	VIS 40°C (Cst)	Color	Aspecto
Gasóleo	6,99	4,70	3,70	5	turbio
Corte ligero	12,40	0,10	30,57	< 4	turbio
Corte pesado	49,95	0,41	75,98	4,5	turbio
Residuo	20,27	-	-	-	-
Agua + Gasolina + Pérdidas (dest.)	10,39	-	-	-	-
Contenido en metales (en ppm)					

# ES 2 124 879 T3

(Continuación)

	Ba	Ca	Pb	Zn	P	Cr	Fe	Si
5 Aceite usado	8	692	1138	694	704	5	84	77
10 Corte ligero	< 2	< 1	6	< 1	8	< 0,5	< 0,5	26
Corte pesado	< 2	< 1	5	< 1	< 5	< 0,5	< 0,5	6
Gasóleo	< 2	< 1	39	2	101	< 0,5	8	327
15 Residuo	85	4901	2529	3469	2570	36	652	228

Rendimiento de la destilación : 62,35 %

20 c) *Regeneración de los aceites usados en fábrica según el procedimiento ácido/tierras (técnica anterior)*

	Productos	Rdt (%)	T.A.N. (mgKOH/g)		VIS 40°C (Cst)		Color	Aspecto	
25	Gasóleo (sin tratamiento)	6,99	4,70		3,70		5	turbio	
	Corte ligero	11,16	0,01		30,04		1,5	C + B	
30	Corte pesado	44,05	0,05		75,85		3	C + B	
	Residuo	20,27	-		-		-	-	
	Agua + Gasolina + Pérdidas (dest.)	10,39	-		-		-	-	
35	Pérdidas trat. químico (en ppm)	7,14	-		-		-	-	
	Contenido en metales (en ppm)								
40		Ba	Ca	Pb	Zn	P	Cr	Fe	Si
	Corte ligero	< 2	< 1	5	< 1	< 5	< 0,5	< 0,5	5
45	Corte pesado	< 2	< 1	5	< 1	< 5	< 0,5	< 0,5	5

Rendimiento de la regeneración : 55,21 %

Porcentaje de recuperación : 83,09 % (calculado con respecto a la destilación en laboratorio sin tratamiento previo)

# ES 2 124 879 T3

## d) Regeneración de los aceites en fábrica según la invención

Productos	Rdt (%)	T.A.N. (mgKOH/g)		VIS 40°C (Cst)	Color	Aspecto		
Gasóleo	5,41	0,02		6,05	1,5	C + B		
Corte ligero	12,77	0,01		33,89	2	C + B		
Corte pesado	49,99	0,01		84,91	2,5	C + B		
Residuo	20,44	-		-	-	-		
Agua + Gasolina + Pérdidas (dest.)	11,39	-		-	-	-		
Contenido en metales (en ppm)								
	Ba	Ca	Pb	Zn	P	Cr	Fe	Si
Corte ligero	< 2	< 1	< 2	< 1	< 5	< 0,5	< 0,5	3
Corte pesado	< 2	< 1	< 2	< 1	< 5	< 0,5	< 0,5	3
Gasóleo	< 2	< 1	6	< 1	95	< 0,5	1	122
Residuo	132	7624	2788	3500	2644	40	664	279

Rendimiento de la regeneración : 62,76 %

Porcentaje de recuperación : 94,45 % (calculado con respecto a la destilación en laboratorio sin tratamiento previo)

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento de regeneración de aceites lubricantes usados, **caracterizado** porque comprende las etapas de tratamiento sucesivas siguientes:

a) homogeneización de los aceites recogidos y eliminación de éstos cuando no satisfacen uno de los tests siguientes:

- ensayo del cloro con llama (chlor test),

- ensayo de presencia de fueloil por el test de la mancha (Drop test),

- ensayo de presencia de ácido graso con sosa (Fat test);

b) precalentamiento en el cual se llevan los aceites que hay que regenerar a una temperatura comprendida entre 140° y 160°C;

c) adición de hidróxido sódico en solución acuosa a razón de 1 a 3 % de base pura, en masa de aceite lubricante;

d) deshidratación y extracción de los hidrocarburos ligeros mediante expansión (flash);

e) extracción y recuperación de gasóleo (stripping);

f) extracción de las impurezas mediante destilación fraccionada en vacío que asegura la separación en aceites básicos lubricantes, por una parte, y en residuo que concentra todas las impurezas, por otra parte.

2. Procedimiento de regeneración de aceites lubricantes usados según la reivindicación 1, **caracterizado** porque la columna de destilación en vacío coopera con un evaporador de desagüe del fondo de columna.

3. Instalación de regeneración de aceites usados que comprende:

- un depósito (2) de almacenamiento de los aceites usados,

- unos medios de mezcla y de homogeneización de los aceites contenidos inicialmente en el depósito de almacenamiento,

- unos medios de precalentamiento (3) de los aceites usados a una temperatura comprendida entre 140° y 160°C,

- unos medios de almacenamiento (4) de hidróxido sódico puro,

- unos medios de mezcla (5) de los aceites usados con hidróxido sódico con una proporción determinada comprendida entre 1 y 3 % en masa.

- una unidad de extracción del agua y de los hidrocarburos ligeros mediante expansión (6) (flash),

- una unidad de extracción del gasóleo (8) (stripping), y

- unos medios de extracción de las impurezas (10, 14) que comprenden una unidad de destilación en

## ES 2 124 879 T3

vacío (10).

4. Instalación de regeneración de aceites usados según la reivindicación 3, caracterizada porque la unidad de destilación en vacío (10) está asociada a un evaporador (13) de desagüe del fondo de columna.

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

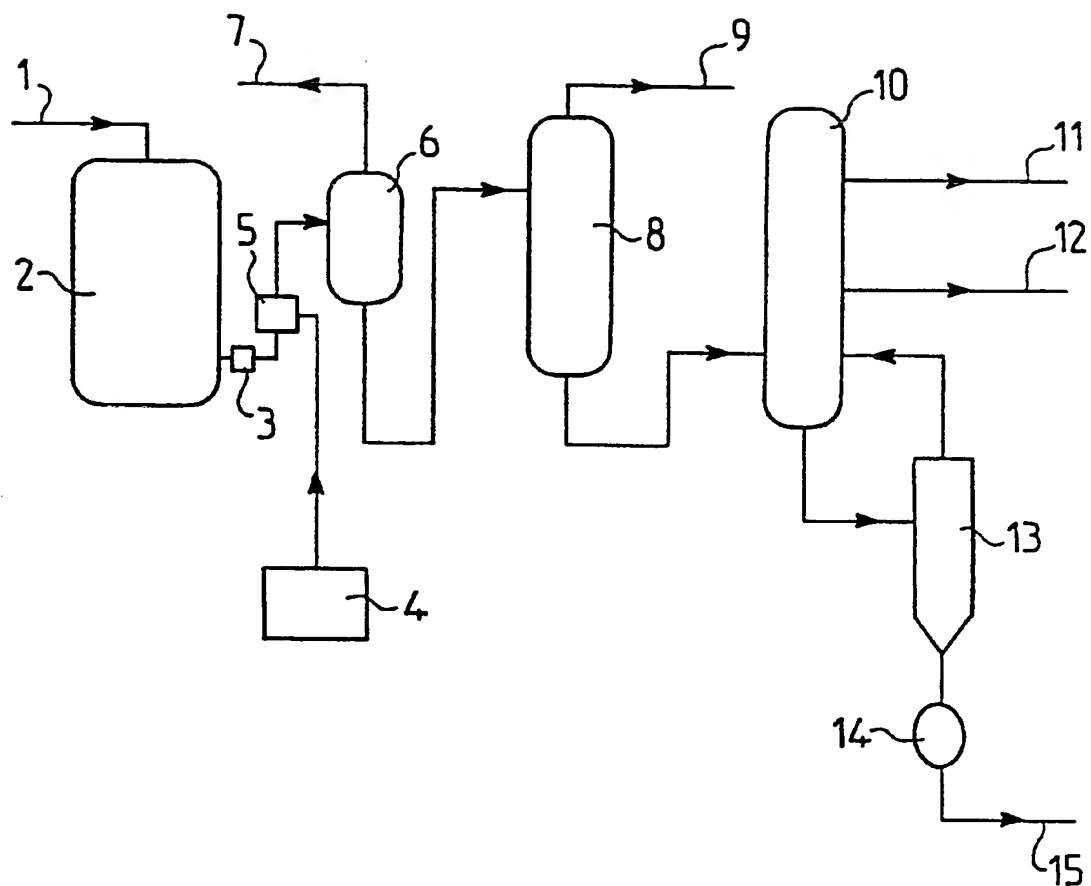
---

**NOTA INFORMATIVA:** Conforme a la reserva del art. 167.2 del Convenio de Patentes Europeas (CPE) y a la Disposición Transitoria del RD 2424/1986, de 10 de octubre, relativo a la aplicación del Convenio de Patente Europea, las patentes europeas que designen a España y solicitadas antes del 7-10-1992, no producirán ningún efecto en España en la medida en que confieran protección a productos químicos y farmacéuticos como tales.

60

Esta información no prejuzga que la patente esté o no incluida en la mencionada reserva.

---



**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

**BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☒ FADED TEXT OR DRAWING
- ☐ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☒ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**

**THIS PAGE BLANK**